

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-079943

(43)Date of publication of application : 11.03.2004

(51)Int.Cl.

H01F 1/24
B22F 3/00
C22C 38/00
C22C 38/02
H01F 27/255

(21)Application number : 2002-241753

(71)Applicant : SEKISHIN KOGYO KK

(22)Date of filing : 22.08.2002

(72)Inventor : SATO NAMIO
TOYOSHIMA YOTARO

(54) SILICON-FERROUS ALLOY BASED METAL SOFT MAGNETIC DUST CORE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a silicon-ferrous alloy based metal soft magnetic dust core for electronic components featuring high permeability, high saturation magnetization, a small loss, stability in DC superposition characteristics, and the like, and to provide its producing process.

SOLUTION: The silicon-ferrous alloy based metal soft magnetic dust core is produced by spraying surface coating liquid mixing an inorganic insulation layer forming liquid and rustproofing liquid under such a state as silicon-iron powder having particle size not larger than 75 μm and containing silicon by 0.5-7 wt% is floating while stirred by hot air, heat treating the silicon-iron powder subjected to surface coating at an appropriate temperature in order to form an insulation layer, compressing powder thus produced with an appropriate pressure to produce a dust core, and then treating it at an appropriate temperature in the atmosphere thereby generating appropriate subgrains.

サブグレインサイズ250~700 μm
の断面TEM観察

500nm

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

30.09.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-79943

(P2004-79943A)

(43) 公開日 平成16年3月11日(2004.3.11)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
H 0 1 F 1/24	H 0 1 F 1/24	4 K 0 1 8
B 2 2 F 3/00	B 2 2 F 3/00	5 E 0 4 1
C 2 2 C 38/00	C 2 2 C 38/00	3 0 3 S
C 2 2 C 38/02	C 2 2 C 38/02	
H 0 1 F 27/25	H 0 1 F 27/24	D

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2002-241753 (P2002-241753)
(22) 出願日 平成14年8月22日 (2002.8.22)

(71) 出願人 500470622
積進工業株式会社
秋田県由利郡仁賀保町樋目野字中山7番地
(74) 代理人 100110537
弁理士 熊谷 繁
(74) 代理人 100060427
弁理士 藤盛 道夫
(72) 発明者 佐藤 湧雄
秋田県由利郡仁賀保町樋目野字中山7番地
積進工業株式会
社内
(72) 発明者 豊嶋 陽太郎
秋田県由利郡仁賀保町樋目野字中山7番地
積進工業株式会
社内
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、電子部品用圧粉磁心において磁気特性、すなわち高透磁率、高飽和磁化、低損失且つ直流重畳特性の安定性等の特徴を持つ珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心及びその製造方法を提供することを目的とするものである。

【解決手段】 本発明の珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心は、粒径 $75\mu\text{m}$ 以下で、珪素含有量が0.5～7重量%の珪素-鉄粉を温風で浮遊攪拌させた状態で無機系絶縁層形成処理液と防錆処理液とを混合した表面コーティング液をふきつけ、該表面コーティングした珪素-鉄粉を絶縁層形成のために適正な温度で熱処理し、この工程で得られた粉末を適正な圧力で圧縮成型して得られた圧粉磁心を、大気中で適正な温度で処理を施し適正なサブグレインを生成させる。

【選択図】 図1

サブグレインサイズ $250\sim 700\mu\text{m}$
の断面TEM観察

500nm

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

粒子個々の粒径が $75\ \mu\text{m}$ 以下で、珪素含有量が $0.5 \sim 7$ 重量%であり、粒子内に $150 \sim 700\ \text{nm}$ 幅のサブグレインを持つことを特徴する珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心。

【請求項 2】

サブグレインのアスペクト比が 3 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心。

【請求項 3】

粒径が $75\ \mu\text{m}$ 以下で、珪素含有量が $0.5 \sim 7$ 重量%の珪素-鉄合金粉の粒子に絶縁層形成処理液と防錆処理液からなる表面コーティング液を均一に表面コーティングし、該表面コーティングした珪素-鉄粉を圧縮成型した後、大気中で加熱処理することを特徴とする珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する分野】

本発明は、珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心に関し、特に各種電子機器に使用される回路においての、ますます高周波領域まで拡大しつつあるノイズフィルター回路素子及び各種チョークコイルの電子部品用材料としての珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来の鉄系金属軟磁性圧粉磁心においては、磁心の磁気特性改善の試みとしては鉄粉の純度に主に注力されていた。

又、原料の製造方法においても鉄粉の粒径を球形、板状形等研究されていたが、いずれも粒子一粒は一次粒子が数個から数十個の団子状の塊で、直径が数 $10\ \mu\text{m}$ の粒を形成している。

一方、粉末成型後の焼成過程では通常の再結晶をおこし、例えば J I S G 0552 (鋼のフェライト結晶粒度試験法)に見られるような再結晶過程を経ていた。

この方法では特性改善に限度があった。

この改善策として、本出願人の特願 2001-321701 号があり、特性を大幅に改善する方法を提案しているが初透磁率の高周波化、高周波損失の面で更なる改善が求められていた。

そこで、本発明は、原料たる鉄系金属として珪素 (Si) を添加した珪素-鉄合金を使用することにより上記問題を解決せんとするものである。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、電子部品用圧粉磁心において磁気特性、すなわち高透磁率、高飽和磁化、低損失且つ直流重畳特性の安定性等の特徴を持つ珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心及びその製造方法を提供することを目的とするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明は、粒子個々の結晶内において歪を内存した一次粒子が存在していることを見出し、この歪を開放するための処理条件を選択することによって、粒子内に $150 \sim 700\ \text{nm}$ 幅のサブグレインを作成することによって磁気特性が改善できることを見出した。

使用原料の珪素-鉄粉において、粒径が $75\ \mu\text{m}$ を越えると高周波特性が悪く制御不可能であり、よって粒径 $75\ \mu\text{m}$ 以下が適切である。

又、サブグレインの形状は、球状でもある程度効果はあるが、アスペクト比 (縦横比) が 3 以上あると磁気特性の改善効果はより大きい。

また、この製造方法は、粒径が $75\ \mu\text{m}$ 以下で、珪素含有量が $0.5 \sim 7$ 重量%の珪素-

10

20

30

40

50

鉄粉の粒子に絶縁層形成処理液と防錆処理液からなる表面コーティング液を均一に表面コーティングし、該表面コーティングした珪素-鉄粉を圧縮成型した後、大気中で加熱処理するものである。

【0005】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。

本発明の珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心は、以下の如くして製造される。

粒径 $75\mu\text{m}$ 以下で、珪素含有量が $0.5\sim 7$ 重量%の珪素-鉄粉を温風で浮遊撹拌させた状態で無機系絶縁層形成処理液と防錆処理液とを混合した表面コーティング液をふきつけ、該表面コーティングした珪素-鉄粉を絶縁層形成のために適正な温度で熱処理し、この工程で得られた粉末を適正な圧力で圧縮成型して得られた圧粉磁心を、大気中で適正な温度で処理を施し適正なサブグレインを生成させる。

10

【0006】

【実施例】

本発明の具体的な実施例について、以下に詳細に説明する。

平均粒径 $75\mu\text{m}$ 以下で、珪素含有量が $0.5\sim 7$ 重量%の珪素-鉄粉 3kg を温風で浮遊撹拌させた状態中に、絶縁層形成処理液 30g （燐酸 3.4g 、硼酸 0.6g 、酸化マグネシウム 0.6g 、水 25.4g ）、防錆処理液 188g （1, 2, 3-ベンゾトリアゾール 3.3g 、水 184.7g ）を混合した表面コーティング液を吹き付け、珪素-鉄粉表面にコーティングし、 150°C 1時間熱処理を施して乾燥させ、珪素-鉄粉表面層に絶縁層を形成させた。

20

さらに、表面に絶縁層を形成した珪素-鉄粉に、成型性及び強度を上げるために水ガラス 300g （水ガラス 27g 、水 273g ）で顆粒状にし、 $10\text{ton}/\text{cm}^2$ で外径 18mm 、内径 9mm 、高さ 6mm のトロイダル状に圧縮成型して圧粉磁心を形成し、さらに該圧粉磁心に大気中で $200^\circ\text{C}\sim 600^\circ\text{C}$ の加熱処理を施し珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心を製作した。

【0007】

以上のようにして製作された珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心のサブグレインの状態を図1、図2に示した。

サブグレインサイズと初透磁率の関係を図3、粒径と初透磁率の周波数特性との関係を図4に示した。

30

又、サブグレインサイズと高周波損失の関係を図5、珪素添加量と高周波損失の関係を図6に示した。

ここでサブグレインサイズは、長手方向ではなく狭い方の幅のサイズを言う。

なお、サブグレインの状態は、高分解能透過電子顕微鏡（TEM）でA r イオンミリングにより薄膜化して、焼結粉体の一部が薄片化された領域を測定した。

透磁率は、測定を行う圧粉磁心に巻線を施し、インダクタンスを測定後計算で求めた。

損失は、測定を行う圧粉磁心に巻線を施しB-Hアナライザーで測定した。

【0008】

図1、図2は実施例で製作された珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心の、サブグレインサイズの大きさの違いによる比較を高分解能透過電子顕微鏡（TEM）によって観察した結果をしめす。

40

【0009】

図3は、実施例で製作された珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心のサブグレインサイズの大きさの違いによる初透磁率の変化を示す。

図3より初透磁率の変化率 1.0 を基準にして、サブグレインサイズが $150\sim 700\text{nm}$ の範囲での初透磁率の値は、 $150\text{nm}\sim 250\text{nm}$ の範囲で平均 15% 、 $250\text{nm}\sim 700\text{nm}$ の範囲で平均 40% の初透磁率の改善となる。

サブグレインサイズが 150nm 以下では初透磁率の改善はなく、 700nm 以上になると $150\text{nm}\sim 700\text{nm}$ に対して大幅に初透磁率が劣化する。

50

【0010】

図4は、実施例で製作された鉄系金属軟磁性圧粉磁心のサブグレインサイズの大きさの違いによる高周波損失の変化をしめす。

図4より高周波損失の変化率1.0を基準にして、サブグレインサイズが150～700nmの範囲での高周波損失は150～250nmの範囲で20%、250～700nmの範囲で35%の改善となる。

150nm以下では高周波損失の改善はなく、700nm以上では大幅に劣化する。

【0011】

図5は、実施例で製作された圧粉磁心のアスペクト比（縦横比）の違いによる初透磁率の変化をしめす。

図5より初透磁率の変化率1.0を基準にして、アスペクト比（縦横比）が3以上での初透磁率の値は17%以上の改善となり、3以下では初透磁率の改善は少ない。

【0012】

図6は、実施例で製作された珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心の粒径の大きさの違いによる初透磁率の周波数特性の変化を示す。

図6より初透磁率の変化率1.0を基準にして、粒径が75μm以下での初透磁率の周波数特性は10MHzで5%の減少程度と大幅に周波数特性が改善できるのに対して、粒径が106μm以下では10MHzで30%の減少であり、粒径が150μm以下になると10MHzで40%の減少となる。

【0013】

図7は、実施例で製作された圧粉磁心の珪素（Si）金属添加量と高周波損失の変化を示す。

図7より高周波損失が珪素（Si）添加量0%を基準にして、珪素（Si）添加量が0.5～7%の範囲で15%～35%の改善となり、7%以上添加しても高周波損失の著しい改善効果は見出せないばかりか7%以上では金属粉として硬くなり、粉末成型体を作成する時に高い成型圧力となるため工業上好ましくない。

【0014】

以上の実施例の図3～図7に基づいて説明した通り、サブグレインの大きさ、形状を制御することにより、珪素-鉄粉の持つ磁気特性を飛躍的に向上できることが明らかとなった。

【0015】

【発明の効果】

本発明は、鉄粉を粒界絶縁してなる珪素-鉄合金系軟磁性粉末を、圧縮成型した所定の形状において、原料製造時及び粉末成型時において各粒子個々内の一次粒子に生じた歪を開放するための処理条件を選択すること、すなわち150～700nm幅を持ったサブグレインを作成することによって大幅な磁気特性の向上を得ることに成功したものである。

また、本発明の珪素-鉄合金系金属軟磁性圧粉磁心の持つ磁気特性により、各種電子機器材料としての部品用途に大きく寄与することが可能となった。

【図面の簡単な説明】

【図1】サブグレインサイズ250～700μmでの断面TEM観察によるサブグレインの写真図である。

【図2】サブグレインサイズ150～250μmでの断面TEM観察によるサブグレインの写真図である。

【図3】サブグレインサイズの大きさと初透磁率との関係グラフ図である。

【図4】サブグレインサイズの大きさと高周波損失との関係グラフ図である。

【図5】アスペクト比と初透磁率の関係グラフ図である。

【図6】粒径の大きさと初透磁率の周波数特性との関係グラフ図である。

【図7】珪素（Si）添加量と高周波損失の関係グラフ図である。

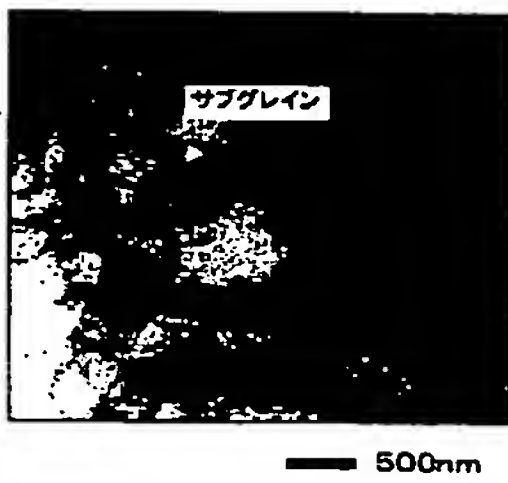
10

20

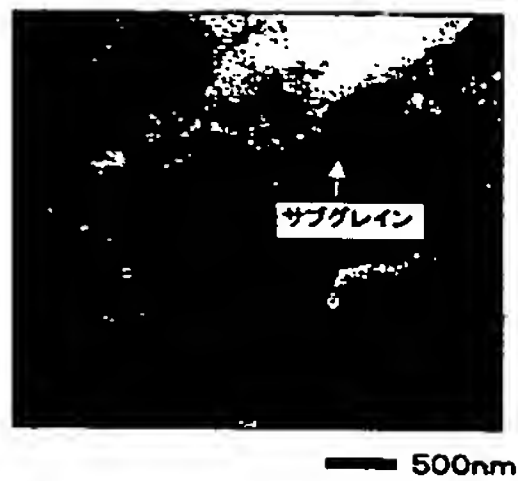
30

40

【図1】

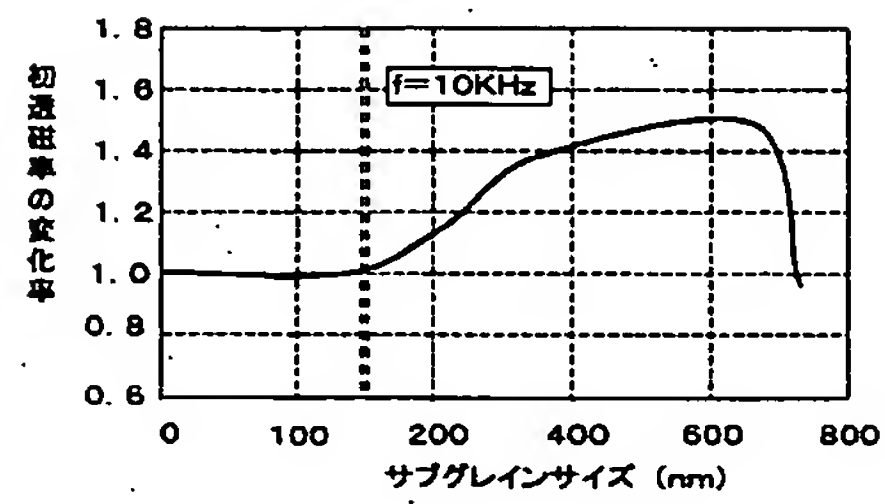
サブグレインサイズ250~700 μm
の断面TEM観察

【図2】

サブグレインサイズ150~250nm
の断面TEM観察

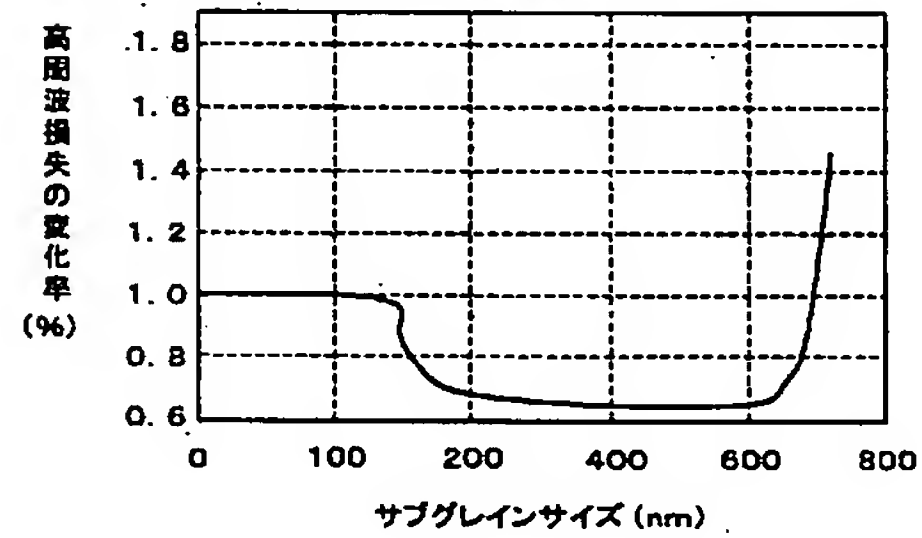
【図3】

サブグレインの大きさと初透磁率



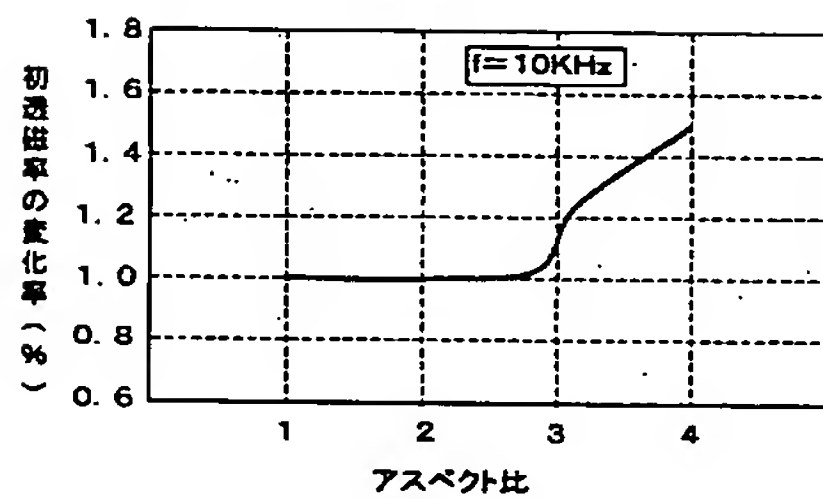
【図4】

サブグレインの大きさと高周波損失



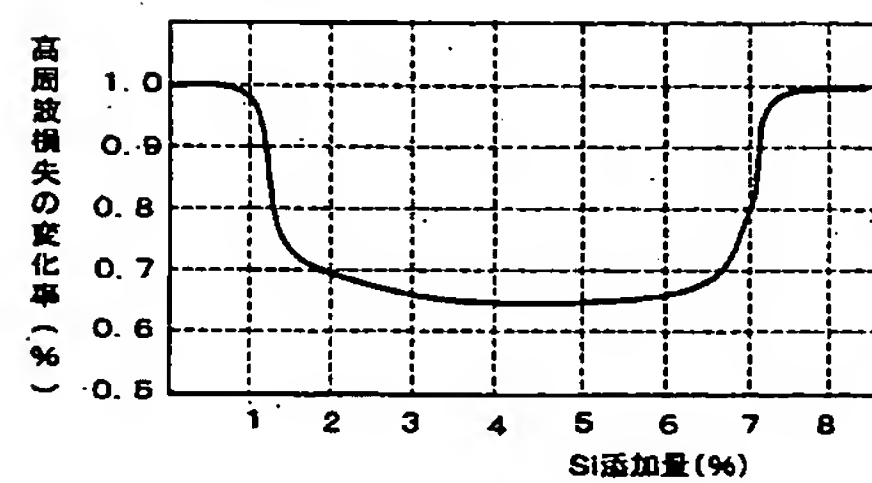
【図5】

アスペクト比と初透磁率



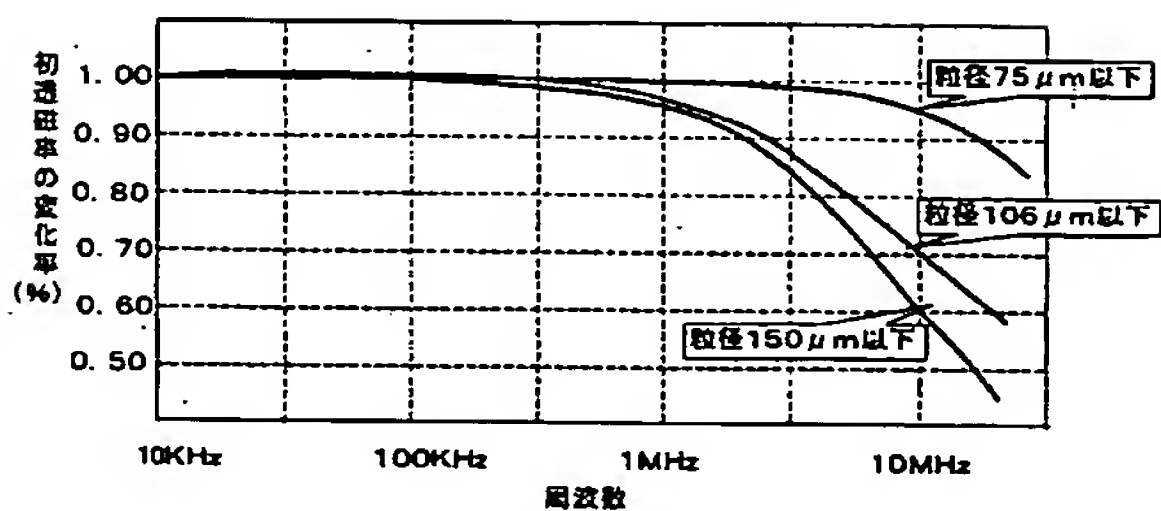
【図7】

Si添加量と高周波損失



【図6】

粒径の大きさと初透磁率の周波数特性



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K018 AA26 BA15 BB04 BC21 CA02 DA11 KA44
5E041 AA02 BC01 BC08 CA01 HB11 HB14 NN06

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.